

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-103234

(43)Date of publication of application : 09.04.2002

(51)Int.Cl.

B24D 3/02
B24B 37/00
B24D 3/00
H01L 21/304

(21)Application number : 2000-295847

(71)Applicant : JSR CORP

(22)Date of filing : 28.09.2000

(72)Inventor : KOBAYASHI YUTAKA

(54) POROUS POLISHING BODY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polishing body with abrasive-grains dispersed extremely well and stable polishing performance.

SOLUTION: A porous polishing body has a constituent component of a solidified material of an aqueous dispersion in which matrix material and the abrasive-grains are dispersed, and void.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-103234
(P2002-103234A)

(43) 公開日 平成14年4月9日 (2002.4.9)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーム* (参考)
B 2 4 D 3/02	3 1 0	B 2 4 D 3/02	3 1 0 A 3 C 0 5 8 3 1 0 D 3 C 0 6 3
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	C
B 2 4 D 3/00	3 4 0	B 2 4 D 3/00	3 4 0
H 0 1 L 21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 F
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-295847 (P2000-295847)

(22) 出願日 平成12年9月28日 (2000.9.28)

(71) 出願人 000004178

ジェイエスアール株式会社

東京都中央区築地2丁目11番24号

(72) 発明者 小林 豊

東京都中央区築地二丁目11番24号 ジェイ

エスアール株式会社内

Fターム (参考) 3C058 AA07 AA09 AC04 CB05 DA17

3C063 AA02 BA22 BB01 BB03 BB04

BC03 BD01 BD05 CC19 EE10

FF20 FF23

(54) 【発明の名称】 多孔性研磨体

(57) 【要約】

【課題】 砥粒が極めて良好に分散しており、かつ研磨性能が安定した研磨体を提供すること。

【解決手段】 マトリックス材および砥粒が分散した水系分散体の固化物を構成成分とし、かつ空隙を有することを特徴とする多孔性研磨体。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 マトリックス材および砥粒が分散した水系分散体の固化物を構成成分とし、かつ空隙を有することを特徴とする多孔性研磨体。

【請求項2】 (a) 発泡剤および(b) 中空粒子の少なくともいずれかをさらに含有する水系分散体を固化、成形して得られたものであることを特徴とする請求項1に記載の多孔性研磨体。

【請求項3】 水系分散体を固化した後、粉碎し粒子となし、該粒子に(a) 発泡剤および(b) 中空粒子の少なくともいずれかを混合して成形して得られたものであることを特徴とする請求項1に記載の多孔性研磨体。

【請求項4】 空隙の径が0.1~1,000 μ mであり、空隙が占める割合が5~70体積%であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の多孔性研磨体。

【請求項5】 半導体の研磨に用いられる請求項1~4のいずれかに記載の多孔性研磨体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、多孔性研磨体に関する。更に詳しくは、研磨体中における砥粒が極めて良好に分散された多孔性研磨体に関する。本発明の多孔性研磨体は、半導体ウエハ等の表面を研磨する研磨パッド等に好適に利用できる。

【0002】

【従来の技術】従来より、半導体ウエハの表面を研磨するためにCMP (Chemical Mechanical Polishing) と称される方法が使用されている。このCMPは、ウエハ等の被研磨面を盤状の研磨パッドに押圧しながら摺動させ、同時に砥粒が分散されたスラリー (水分散体) を研磨剤としてこの研磨パッド上に流下させることにより行う。しかし、高い圧力により押圧される被研磨面と研磨パッドの研磨面との間に、上方から流下されるスラリーを確実に供給することは難しく、実際に機能する研磨剤は供給された全量の1%に満たないともいわれている。しかも、このスラリーは高価であり、また、使用済みスラリーの処理には更に多大なコストを必要とする。

【0003】また、特開平5-222356号公報、特開平8-294869号公報、特開平10-329032号公報、特開平11-151659号公報、特開平11-188647号公報等において砥粒を含有する研磨体等が開示されている。しかし、いずれにおいても空隙率等の制御が困難であり、その結果として、研磨体の均質性に乏しく、研磨性能が安定しない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、砥粒が極めて良好に分散しており、かつ研磨性能が安定した研磨体を提供することにある。

2

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、下記構成の多孔性研磨体が提供されて、本発明の上記目的が達成される。

1. マトリックス材および砥粒が分散した水系分散体の固化物を構成成分とし、かつ空隙を有することを特徴とする多孔性研磨体。

2. (a) 発泡剤および(b) 中空粒子の少なくともいずれかをさらに含有する水系分散体を固化、成形して得られたものであることを特徴とする上記1に記載の多孔性研磨体。

3. 水系分散体を固化した後、粉碎し粒子となし、該粒子に(a) 発泡剤および(b) 中空粒子の少なくともいずれかを混合して成形して得られたものであることを特徴とする上記1に記載の多孔性研磨体。

4. 空隙の径が0.1~1,000 μ mであり、空隙が占める割合が5~70体積%であることを特徴とする上記1~3のいずれかに記載の多孔性研磨体。

5. 半導体の研磨に用いられる上記1~4のいずれかに記載の多孔性研磨体。

【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態につき、詳細に説明する。本発明の研磨体は、マトリックス材および砥粒が分散した水系分散体の固化物を構成成分とし、かつ空隙を有する多孔性研磨体である。このような本発明の多孔性研磨体は、(1) マトリックスおよび砥粒に加えて、(a) 発泡剤および(b) 中空粒子の少なくともいずれかが分散している水系分散体を固化することにより、あるいは(2) マトリックスと砥粒とが分散している水系分散体を固化した後、粉碎して得られる粒子に、(a) 発泡剤および(b) 中空粒子の少なくともいずれかを混合して成形することにより、得ることができる。

【0007】上記マトリックス材は、本発明の研磨体において砥粒を保持するマトリックス相を構成する材料であり、1種以上の成分から構成される。マトリックス材としては、単独重合体や共重合体 (ゴム、樹脂、熱可塑性エラストマー等) 等のポリマーを用いることができる。ポリマーは架橋されていても、未架橋であってもよい。具体的には、ジエン系共重合体、スチレン系共重合体、(メタ) アクリル系樹脂、アクリル系共重合体、ポリオレフィン系樹脂、オレフィン系共重合体、エポキシ系樹脂、フェノール系樹脂、ポリイミド系樹脂等を用いることができる。これらのマトリックス材は、水系分散体中において平均粒径が10 μ m以下、より好ましくは0.3~3 μ mの粒子として分散されていることが好ましい。

【0008】水系分散体の固化において、架橋可能なマトリックス材を未架橋の状態では水系分散体に分散させる場合は、水系分散体を固化した後にマトリックス材を加

3

熱等により架橋することができる。さらに、マトリックス材が架橋重合体または架橋共重合体等であるために加熱等により一体化することが困難である場合は、バインダを用いてマトリックス材を接着することができる。このバインダとして、上記マトリックス材に用いられるものの内、未架橋のポリマーを使用できる。特にマトリックス材とバインダとの親和性がよいものを選択することが好ましい。

【0009】上記砥粒は、機械研磨作用および／または化学研磨作用を主として有する粒子である。このような砥粒としては、酸化セリウム、シリカ、アルミナ、酸化チタン、酸化クロム、二酸化マンガ、三酸化ニマンガ、酸化鉄、酸化ジルコニウム、炭化ケイ素、炭化ホウ素、ダイヤモンド、炭酸バリウム等の粒子を挙げることができる。なかでも、水との親和性がよいので、酸化セリウム、シリカ、アルミナ等を用いることが好ましい。とりわけ、酸化セリウムはエマルションに対して分散性がよいため好ましい。

【0010】また、使用する砥粒の平均粒径は、好ましくは0.005~50 μm 、より好ましくは0.005~10 μm 、更に好ましくは0.01~1 μm である。この平均粒径が0.005 μm 未満であると研磨力が低下する傾向にある。一方、50 μm を越えると使用する砥粒が大き過ぎるためにスクラッチを生じ易くなる傾向にある。なお、砥粒は研磨体内においても上記の好ましい範囲の粒径で含有されることが好ましい。

【0011】次に所望により用いられる(a)発泡剤について説明する。本成分は、本発明の多孔性研磨体に空隙を形成するために使用される成分であり、化学発泡剤、物理発泡剤など一般的に既知の発泡剤を混合することができる。化学発泡剤としては、アゾジカルボン酸アミドに代表されるアゾ化合物、N,N'-ジニトロソベンタメチレンテトラミンに代表されるニトロソ化合物、4,4'-オキシビス(ベンゼンスルホニルヒドラジド)に代表されるヒドラジン誘導体などが挙げられる。物理発泡剤としては水、窒素ガス、二酸化炭素ガスなどが挙げられる。

【0012】次に、やはり所望により用いられる(b)中空粒子について説明する。本成分は、本発明の多孔性研磨体に空隙を形成するために使用される成分である。

(b)中空粒子は、膨張性であっても非膨張性のいずれであってもよい。膨張性の中空粒子とは、熱可塑性樹脂を外殻成分とし、その内側に発泡剤(膨張剤)を内包する微粒子状樹脂である。また、非膨張性の中空粒子とは、上記の膨張性粒子の予備膨張させたものやシラスバルーン等の天然ガラスバルーン等である。

【0013】次にこれらの(a)発泡剤や(b)中空粒子等により形成される空隙は、全体の5~70体積%であり、好ましくは10~55体積%である。なお、

(a)発泡剤と(b)中空粒子は併用することができ

4

る。この割合が5体積%未満である場合には、研磨中のパッドの目詰まりが起こりやすく実用的な加工速度を維持できる時間が非常に短い。一方、この割合が70体積%を超える場合には、硬度およびその他の機械的強度が低いものとなり、また、重合体の割合が過小であるため、成形加工性が低下する。更に、その径は、好ましくは0.01~1,000 μm であり、より好ましくは0.5~100 μm である。この径が0.01 μm 未満である場合には、形成されるポア(空隙)のサイズがCMPプロセスに用いられるスラリー中の砥粒の粒径より小さくなるため、優れたスラリー保持性を有する研磨パッドが得られない。一方、この粒径が1000 μm を超える場合には、形成されるポアのサイズが過大であるため、得られる研磨パッドは、強度や研磨速度が低い。空隙の体積率やその径は、(a)発泡剤、(b)中空粒子の使用量、固化や成形の条件等によって制御することができる。

【0014】上記水系分散体の分散媒は水のみであっても、水以外の分散媒を含有する混合分散媒であってもよい。混合分散媒の場合、水の含有率は10質量%以上(より好ましくは20質量%以上)であることが好ましい。混合分散媒に含まれる水以外の分散媒としては、例えば、非プロトン性極性溶媒、エステル類、ケトン類、フェノール類、アルコール類、アミン類等の他の分散媒を挙げることができる。なお、分散媒は、水系分散体の調製時には蒸発し過ぎず、且つ除去が容易であることから、沸点が60~200 $^{\circ}\text{C}$ のものを用いることが好ましい。

【0015】この水系分散体の固形分濃度は1~80質量%であることが好ましく、より好ましくは10~60質量%である。80質量%を超えると水系分散体の分散安定性が低下する傾向にあり、沈殿を生じることがあるため好ましくない。また、水系分散体はマトリックス材が分散されたエマルションに砥粒が分散していることが好ましい。エマルションに砥粒を分散させることで特に砥粒の分散性がよい研磨体を得ることができる。分散させる方法は特に限定されず、例えば、乳化重合、懸濁重合等により得られたマトリックス材を含有するエマルションと、砥粒が分散された分散体を混合することにより得ることができる。更に、エマルション中に砥粒を直接分散させて得ることもできる。マトリックス材が分散されたエマルションを得る方法は特に限定されず、乳化重合、懸濁重合等により得られる。その他、予め得られたマトリックス材を溶剤等により溶解させた後、この溶液を分散させて得ることもできる。

【0016】水系分散体には、分散媒、マトリックス材、砥粒および複合粒子以外にも、例えば、前記のようなバインダの他、界面活性剤、加硫剤、加硫促進剤、架橋剤、架橋促進剤、充填剤、空隙を形成するための

(a)発泡剤、同じく空隙を形成するための(b)中空

5

粒子（膨張性、非膨張性）、軟化剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、可塑剤等を必要に応じて含有させることができる。その他、従来よりCMPに用いられるスラリーに含有される酸化剤、アルカリ金属の水酸化物、酸、pH調整剤、キレート剤およびスクラッチ防止剤等を含有させることもできる。

【0017】本発明の多孔性研磨体は、既に述べたように、（1）マトリックスおよび砥粒に加えて、（a）発泡剤および（b）中空粒子の少なくともいずれかが分散している水系分散体を固化することにより、あるいは

（2）マトリックスと砥粒とが分散している水系分散体を固化した後、粉碎して得られる粒子に、（a）発泡剤および（b）中空粒子の少なくともいずれかを混合して成形することにより得ることができる。

【0018】水系分散体を固化するに当たって、分散媒を除去する工程が行われる。この2つの工程は同時に行ってもよく、別々に行ってもよく、更には分散媒をある程度除去した後、固化し、更にその後、分散媒を完全に除去することもできる。この方法は、マトリックス材の性状等に合わせて適宜選択すればよい。

【0019】分散媒の除去は、例えば、開放系に放置して自然に分散媒を蒸発除去することができる。更に、加熱、減圧等を行うことにより分散媒の蒸発を促進させることができる。また、スプレードライ法等により造粒すると同時に分散媒を急激に蒸発させることもできる。

【0020】上記（1）の方法で多孔性研磨体を製造する場合、固化と成形は同時に行なわれる。固化・成形は、ある程度以上分散媒が除去された残査（塊状、フレーク状、粉末状、ペレット状等）をプレス成形、押出し成形、射出成形等により行われ、所望形状の多孔性研磨体が得られる。また、分散媒の除去と固化・成形を同時に行うことができ、この場合は、所望の型に水系分散体を流し込み、分散媒を上記と同様に除去することで型の形状に固化・成形することができる。更に、型を使用せず、基材となるフィルム等の表面に直接水系分散体を展開し、その後、分散媒を上記と同様に除去して固化・成形することもできる。なお、固化・成形時に前記の各種添加剤を加えてもよい。

【0021】上記（2）の方法で多孔性研磨体を製造する場合、固化はギヤーオープン、熱風乾燥機等で行うのが好ましい。得られた固化物は、公知の粉碎機、例えばミキサー、ハンマーミル等を用いて、好ましくは平均粒

6

径10～200 μ m、より好ましくは30～60 μ mの粒子となし、この粒子と（a）発泡剤および（b）中空粒子の少なくともいずれかとを混合して、混合物をプレス成形、押出し成形、射出成形することにより多孔性研磨体が得られる。なお、この場合も、固化あるいは成形時に前記の各種添加剤を加えてもよい。

【0022】本発明の多孔性研磨体は、機械的および／または化学的な研磨効果を有する。本発明の研磨体は全体が研磨部であってもよいが、例えば、基部となる板体の表面にこの研磨部を備えるものであってもよく、所定形状の細片の研磨部が研磨体の表面に規則的に配置されたもの等であってもよい。

【0023】本発明の多孔性研磨体では、多孔性研磨体に含有させる砥粒の容積率は、好ましくは1～99体積％、より好ましくは10～70体積％、特に好ましくは15～50体積％である。本発明の多孔性研磨体は、半導体の研磨に好ましく用いられる。この多孔性研磨体により研磨することのできる被研磨体としては、ガラス、シリコン酸化膜、アモルファスシリコン膜、多結晶シリコン膜、単結晶シリコン膜、シリコン窒化膜、純タングステン膜、純アルミニウム膜、或いは純銅膜等の他、タングステン、アルミニウム、銅等他の金属との合金からなる膜などが挙げられる。その他、タンタル、チタン等の金属の酸化物、窒化物などからなる膜を挙げることができる。

【0024】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明は実施例に限定されて解釈されることはない。

【0025】〔1〕研磨体の作製

（1）マトリックス材と砥粒とが分散された水系分散体Aの調製
温度調節が可能であり、攪拌機を備えるオートクレーブ中に、表1に示す各成分を表1に記載の割合で投入し、75℃で16時間反応させた。その結果、重合転化率95.8％となり、ガラス転移温度50℃であり平均粒径166nmである共重合体が分散されたエマルジョンを得た。なお、平均粒径は、大塚電子株式会社製のレーザー粒径解析システムにより測定した（以下、平均粒径は同じ方法により測定した）。

【0026】

【表1】

成分名	成分量(部)
イオン交換水	2.40
ブタジエン	14.00
スチレン	71.00
メチレンメタクリレート	12.15
イタコン酸	1.85
アクリル酸	1.00
α -メチルスチレンジイマー	0.10
t-ブチルメルカプタン	0.40

【0027】得られたエマルジョンを25%水酸化カリウム水溶液により、pH8.5に調節した。その後、水（イオン交換水）を添加し、常温においてスリーワンモーターを用いて攪拌した。更に、加工前粒径が0.3 μ mの酸化セリウム粉末（CeO₂）を投入した後、1500回転/分で3分間攪拌して水系分散体Aを得た。

【0028】(2) 研磨体A～Dの作製

上記(1)で得られた水系分散体Aを乾燥してフレーク物とし、中空粒子（フィライト200/7、日本フィライト社製）を20体積%混合した物を研磨体Aの原材料として、表2に示されるプレス条件で、分間加熱、加圧し、研磨体Aを得た。また、水系分散体Aのフレーク物に膨張性の中空粒子（エクスパンセル461、日本フィライト社製）を0.5体積%混合した物を研磨体Bの原材料とし、研磨体Aの場合と同様ににして研磨体Bを得た。更に、水系分散体Aのフレーク物に、化学発泡剤（ユニホールH、永和化成社製）を0.2重量%混合した物を研磨体Cの原材料とし、研磨体Aの場合と同様ににして研磨体Cを得た。一方、フレーク物そのものを研磨体Dの原材料とし、研磨体Aの場合と同様ににして研磨体Dを得た。

（研磨体A～Cは本発明品であり、研磨体Dは比較品である。）

【0029】＜研磨体の評価＞

・空隙率の計測

上記に示した条件により成形した研磨体の比重を実測しXとする。一方、原材料Aの組成から計算される比重をYとして、以下の計算式により空隙率として算出した。
空隙率＝(Y－X)×100/Y

・空隙のサイズ

SEM観察により平均粒子径を観察した。

・研磨速度の安定性

上記各々の研磨体を研磨装置（ラップマスターSTF社製、形式「LM-15」）の定盤に張り付けて水のみを1分間に150ccずつ供給しながら4cm四方の熱酸化膜ウエハを研磨した。尚、その他の研磨条件はテーブル回転数；50rpm、ヘッド回転数；50rpm、研磨圧力；350g/cm²、研磨時間；2分において行った。この結果より下記式(1)を用いて研磨速度を算出し、式(1)：

研磨速度(A/分)＝(研磨前の酸化膜の厚さ－研磨後の酸化膜の厚さ)/研磨時間

本測定を10分間継続し、30秒間隔の研磨速度の変動を観察した。初期30秒間の研磨速度に対して、10分間の研磨速度変動が±20%以内の変動であれば、安定性良好と判断し、それ以上の変動を示す場合は劣ると判定した。

【0030】

【表2】

研磨体	プレス 成形温度 (℃)	プレス 成形圧力 (kg/cm ²)	研磨体の 空隙率 (%)	空隙の サイズ (μm)	研磨速度の 安定性
A	160	50	20	60	良好
		100	19	60	良好
		150	19	60	良好
B	160	100	18	50	良好
C	160	100	21	30	良好
D	160	50	4	50	劣る
		100	3	0.05	劣る
		150	2	0.005	劣る

【0031】表2から明らかなように、本発明品である研磨体A～Cにおいては、製造時の安定性が高く、かつ研磨性能の安定性に優れる。一方、比較品である研磨体Dでは、製造条件の影響が大きく、空隙率やサイズに問題があるため、研磨性能の安定性に欠ける。

20

【0032】

【発明の効果】本発明の多孔性研磨体は、製造時の安定性が高く、かつ空隙の均質性が良好であるため、研磨性能の安定性に優れる。